

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ АДГЕЗИИ ЗАЩИТНОГО ОКСИДНОГО СЛОЯ ПРИ СКРЕТЧ-ИСПЫТАНИЯХ

**Н.В. Суходоева**

**Руководитель: канд. техн. наук Е.Н. Федорова**

***Сибирский федеральный университет***

Для защиты и увеличения срока службы деталей и узлов энергетических установок, температура эксплуатации которых превышает 700°C применяют жаростойкие стали. Высокая жаростойкость материалов во многом обусловлена формированием при высокотемпературном окислении защитного оксидного слоя, который должен иметь достаточную плотность, низкую скорость роста, обладать высокой химической стойкостью и прочностью адгезии с основным материалом.

Для оценки прочности адгезии границы раздела металл/оксид используются различные методы испытаний, однако только немногие из них применимы к рассматриваемой системе. Для определения адгезионной прочности в системах с тонкими оксидными пленками на толстых металлических подложках применяют: растяжение в камере электронного микроскопа, трех-, и четырехточечный изгиб образцов с надрезами, специальные методы испытаний, методы математического и физического моделирования с использованием метода конечных элементов и теории функционала плотности.

В данной работе количественная оценка прочности адгезии между формирующимся оксидным слоем и металлической подложкой выполнялась методом склерометрии (scratch-test). Данный вид испытаний, суть которого заключается в нанесении на поверхность образца царапин движущимся индентором под действием вертикальной нагрузки, был разработан и применяется для определения адгезионной прочности различных покрытий TiN, CrN и CrN/Cr, TiC [1-3], а также для оценки прочности адгезии оксидных слоев, формирующихся при окислении [4].

Экспериментальные исследования проводились в лабораториях CIRIMAT (Тулуза, Франция) и лаборатории Электронной микроскопии ЦКП СФУ. Изотермическое окисление промышленного жаростойкого сплава на основе железа PM2000 (20Cr-5,5Al-0.5Ti-0.5Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) проводилось в муфельной печи Carbolite CWF 1300 при температуре 1150°C, скорость нагрева и охлаждения составляла 10 и 15 °C/мин соответственно. Время окисления варьировалось от 25 до 180 часов. Перед окислением все поверхности образцов в форме параллелепипеда (15x10x2 мм) шлифовались на бумаге из карбида кремния, затем полировались на алмазной пасте размером 1 мкм, очищались в ультразвуковой ванне в ацетоне и спирте высокой чистоты, высушивались. Взвешивание образцов до и после окисления проводилось на весах Sartorius ME точностью 0.1 мг.

Микроструктура формирующегося оксидного слоя исследовалась на электронном сканирующем микроскопе LEO 435VP с приставкой PGT (imix-PC) для энергодисперсионного анализа (EDA), фазовый состав - методом рентгенофазового анализа на приборе Bruker D8 ADVANCE. Исследования микроструктуры и фазового состава показали, что оксидный слой, формирующийся на образцах сплава преимущественно представлен  $\alpha$ -фазой оксида алюминия. На поверхности оксидного слоя также наблюдаются изолированные включения, соответствующие метастабильным фазам оксида алюминия и оксидные включения с повышенным содержанием титана и

железа, что так же отмечено в работах других авторов [5]. В зависимости от времени окисления, толщина оксидного слоя составила от 2.5 до 6 мкм.

Для оценки прочности адгезии системы металл/оксид проводились испытания методом нанесения царапин с использованием прибора RevetestCSMIstruments. Испытания осуществлялись при использовании алмазного конусного индентора типа «Роквелл С» с радиусом полусферического наконечника 200 мкм в условиях непрерывно возрастающей нагрузки на индентор  $F_n$  от 1 до 100 Н. Скорость нагружения составила 50 Н/мин, длина царапины - 3 мм. Прибор оснащен встроенным оптическим микроскопом, системой мониторинга интенсивности акустической эмиссии, датчиками глубины проникновения индентора и силы трения. На каждом образце наносилось пять царапин. По данным оптической микроскопии, изменениям сигнала АЭ и силы трения определялось среднее значение критической нагрузки  $F_{nc}$  (минимальной), при которой появляется отслоение.

При обработке результатов экспериментов установлено наличие двух значений критической нагрузки, соответствующих различным типам отслоений. Например, при окислении в течение 40 часов при толщине пленки 3,4 мкм, первое значение критической нагрузки  $F_{nc} = 18$  Н (рис. 1, а), второе значение  $F_{nc} = 31$  Н (рис. 1, б).

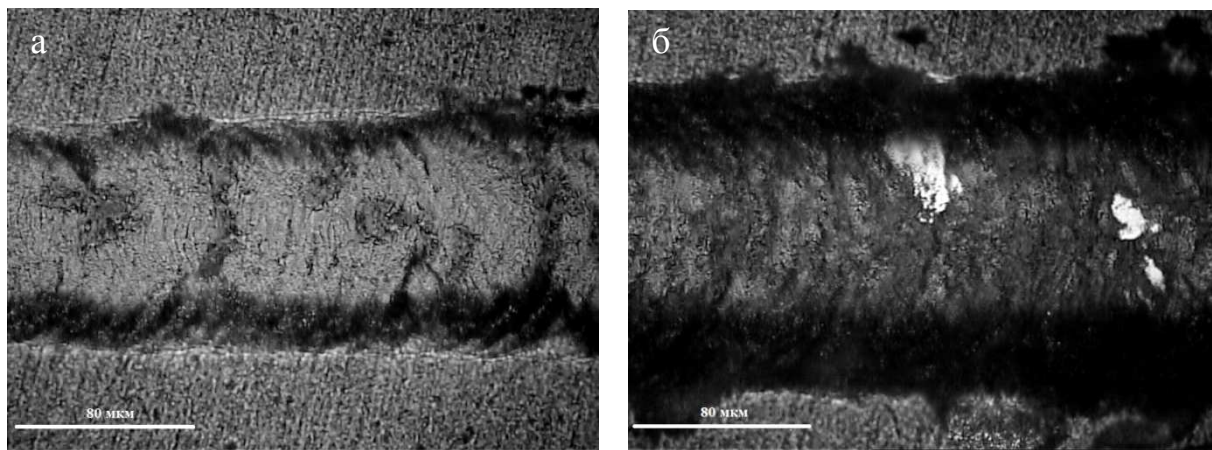


Рисунок 1 – Оптические фотографии фрагмента следа царапины при двух значениях критической нагрузки после окисления образца РМ2000 при  $T = 1150^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 40$  ч:  
а) при  $F_{nc} = 18$  Н; б) при  $F_{nc} = 31$  Н.

Сплав РМ 2000 является поверхностно упрочненным (микролигирование оксидом иттрия), что, по-видимому, определяет поведение образца при скретч-испытаниях. Внутренняя часть оксидного слоя, прилегающая к поверхности сплава лучше сопротивляется движущемуся индентору, в то время как поверхностный слой имеет менее плотную структуру и меньшую прочность адгезии.

Работа адгезии была оценена с использованием модели, предложенной Attar and Johannesson [3] для двух значений критической нагрузки по формуле:

$$W = \left( \frac{v_{окс} \mu_c F_{nc}}{d_c} \right)^2 \cdot \frac{1}{2E_{окс} t}$$

где  $F_{nc}$  – критическая нагрузка;  $E_{окс}$  – Модуль Юнга оксидного слоя;  $v_{окс}$  – коэффициент Пуассона оксидного слоя;  $\mu_c$  – коэффициент трения при критической нагрузке;  $t$  – толщина оксидного слоя;  $d_c$  – ширина следа при критической нагрузке. Для расчетов

были приняты теоретические значения модуля упругости и коэффициента Пуассона для массивного  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ :  $E_{окс} = 380$  ГПа;  $\nu_{окс} = 0,24$ .

Значения работы адгезии в зависимости от толщины оксидного слоя составили  $W = 2,5\text{-}4$  Дж/м<sup>2</sup> для первого значения  $F_{nc}$  и  $W = 4\text{-}8$  Дж/м<sup>2</sup> для второго значения. Необходимо отметить отсутствие определенной зависимости работы адгезии от толщины оксидного слоя.

Таким образом, в результате проведенных исследований была выполнена количественная оценка прочности адгезии оксидного слоя, формирующегося на поверхности жаростойкого сплава PM 2000 при высокотемпературном окислении при использовании скретч-теста. Были установлены особенности данной системы и выявлены источники ошибок при определении работы адгезии данным методом.

### Библиографические ссылки

1. Perry A.J. Scratch adhesion testing of hard coatings // Thin Solid Films. 1983. vol.107. pp. 167 – 180.

2. Bull S.J., Berasetegui E.G. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing // Tribology International. 2006. vol.39(2), pp. 99–114.

3. Attar F., Johannesson T. Adhesion evaluation of thin ceramic coatings on tool steel using the scratch testing technique // Surface and Coatings Technology. 1996. vol.78(1-3), pp. 87-102.

4. Федорова Е.Н., Монсо Д., Окаб Д., Худонов С.А. Высокотемпературное окисление сплавов на основе никеля и оценка прочности адгезии формирующегося оксидного слоя // Физикохимия поверхности и защита материалов, 2011, Т. 47 (3), с.295-301.

5. Perez P. Influence of the alloy grain size on the oxidation behaviour of PM2000 alloy // Corrosion Science, 2002, vol.44 (8), pp.1793–18.